

Uji kimia kadar krom baja dengan metode titrasi karat austenit molibdem

DAFTAR ISI

	Halaman
1. RUANG LINGKUP	1
2. CARA UJI	1
3. LAPORAN	7

UJI KIMIA KADAR KROM DALAM BAJA DENGAN METODE TITRASI

1. RUANG LINGKUP

Standar ini merupakan cara uji kimia kadar krom dalam baja, dengan batas konsentrasi krom 0.05 -- 3.99%.

2. CARA UJI

2.1 Cara Pengambilan Contoh

Cara pengambilan contoh uji sesuai ASTM.E.59-1978.

Pengambilan contoh uji besi dan baja untuk penetapan komposisi kimia.

2.2 Metode Titrasi dengan oksidasi peroksidisulfat.

2.2.1 Prinsip

Krom dalam larutan asam, dioksidasi menjadi valensi VI oleh amonium peroksidisulfat dengan adanya Perak Nitrat sebagai katalis.

Larutan contoh kemudian dititrasi dengan larutan standar ferro amonium sulfat berlebih untuk mereduksi krom, dan kelebihananya dititrasi kembali dengan larutan standar Kalium Permanganat atau larutan standar kalium dikromat.

2.2.2 Pengganggu

Unsur-unsur yang biasanya ada, tidak merupakan pengganggu apabila konsentrasinya kurang dari batas-batas maksimum.

Tiap unsur berikut di bawah ini jika terdapat dalam jumlah yang melebihi batas akan memberi warna pada larutan sehingga indikator defenilamin sulfonat tidak dapat dipergunakan jika dititrasi kembali dengan Kalium dikromat.

Batas-batasnya: Nikel (Ni) 1,300 g; Tembaga (Cu) 0,260 g; Wolfram (w) 0,005 g. Akibat dari unsur-unsur ini adalah merupakan tambahan. Jika nilai numerik dari pernyataan di bawah ini tidak melebihi 1,300 indikator defenilamin sulfonat dapat dipergunakan.

$$(2,6A + 0,05B + 0,01C) \times D$$

di mana :

- A = Persen wolfram dalam contoh
- B = Persen tembaga dalam contoh
- C = Persen nikel dalam contoh
- D = Berat contoh, dalam gram

Jika nilainya melebihi 1,300 penentuan titik akhir harus dilakukan secara potensiometri dengan menggunakan $K_2Cr_2O_7$ untuk titrasi kembali.

2.2.3 Pereaksi dan Peralatan

2.2.3.1 Pereaksi

Semua pereaksi yang digunakan adalah p.a.

2.2.3.1.1 Larutan Amonium Peroksidisulfat $\{ (NH_4)_2S_2O_8 \}$.

Larutkan 15 gram amonium peroksidisulfat dalam air, encerkan sampai 100 ml. Larutan ini tidak boleh digunakan setelah disimpan lebih dari 24 jam.

2.2.3.1.2 Larutan Perak Nitrat (AgNO_3) 9 g/l

Larutkan 8 gram Perak Nitrat dalam air sampai 1 liter.

2.2.3.1.3 Larutan Kalium Dikromat ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) 0,05 N

Keringkan Kristal Kalium dikromat pada suhu 110°C , gerus sampai halus, keringkan lagi pada suhu 180°C . Dinginkan dalam eksikator.

Timbang 2,4518 gram. Larutkan dengan air, masukkan dalam labu ukur 1 l, encerkan sampai tanda tera dan kocok.

2.2.3.1.4 Larutan Kalium Permanganat, (KMnO_4) 25 g/l

Larutkan 25 gram Kalium Permanganat dalam 200 ml air, encerkan sampai 1 l dan kocok. Simpan dalam botol berwarna gelap.

2.2.3.1.5 Larutan Standar Kalium Permanganat (KMnO_4) 0,05N

Larutkan 1,6 gram Kalium Permanganat dalam 1 liter air biarkan di tempat gelap selama 2 minggu, tanpa dicuci, saring dengan cawan gooch atau cawan masir yang berpori halus, simpan dalam botol berwarna gelap.

Standarkan terhadap natrium Oksalat (COONa)₂ sebagai berikut :

- Keringkan Natrium Oksalat (COONa)₂ pada suhu 105°C .
- Timbang 0,1500 gram, masukkan ke dalam gelas kimia 600 ml. -- Tambahkan 250 ml H_2SO_4 (5 + 95).
- Didihkan 10 – 15 menit, kemudian dinginkan pada suhu $27 \pm 3^\circ\text{C}$, aduk sampai larut. Titrasi dengan larutan KMnO_4 , setelah kelihatan warna merah muda, panaskan sampai warna tidak berubah selama 30 detik.
- Hitung normalitas larutan KMnO_4 .

$$\text{Normalitas} = \frac{0,1500 \times 1000}{A \times 67}$$

di mana A = ml Larutan KMnO_4 yang dipergunakan titrasi.

2.2.3.1.6 Larutan Indikator Natrium difenilamin Sulfonat, ($6\text{H}_5\text{NH.C}_6\text{H}_4 - 4 - \text{SO}_3\text{Na}$) 2 g/l.

Cara A : Larutkan 0,20 g Natrium difenilamin sulfonat dalam 100 ml air panas. Simpan dalam botol warna gelap.

Cara B : Larutkan 0,32 g Batrium difenilamin sulfonat ($\text{C}_6\text{H}_5\text{NHC}_6\text{H}_4 - 4 - \text{SO}_3$)₂ Ba dalam 100 ml air panas. Tambahkan 0,5 g Natrium Sulfat (NaSO_4), aduk dan saring dengan kertas saring halus.
Simpan dalam botol warna gelap.

2.2.3.1.7 Larutan Indikator 1,10 Fenantrolin Ferokompleks { ($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2\text{H}_2\text{O}$)₃ FeSO_4 } 0,025.

Larutkan 1,485 g 1,10 Fenantrolin monohidrat dalam 100 ml larutan Ferosulfat ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 0,025M.

2.2.3.1.8 Larutan Ferosulfat, ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 0,025 M

Larutkan 0,695 g Ferosulfat dalam air 100 ml.

2.2.3.1.9 Larutan Standar Feroamonium Sulfat { $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2 (\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ } 0,05 N.

Larutkan 20 g fero amonium Sulfat dalam 50 ml H_2SO_4 (5 + 95), encerkan dengan H_2SO_4 (5 + 95) sampai 1 l.

Standarkan larutan ketika akan digunakan dengan salah satu dari ketiga digunakan dengan salah satu dari ketiga larutan berikut ini :

2.2.3.1.9.1 Standardisasi dengan larutan Kalium Permanganat (KMnO_4)

- Masukkan 180 ml air, 12 ml Asam Sulfat. (H_2SO_4) (1+1) dan 5 ml asam Fosfat. (H_3PO_4) ke dalam erlenmeyer 500 ml.
- Tambahkan 20 ml larutan fero amonium sulfat (2.2.3.1.9) melalui buret 25 ml. Catat volume dengan ketelitian $\pm 0,01$ ml.
- Tambah 1 — 2 tetes larutan indikator fenantrolin.
- Titrasi dengan larutan Standar KMnO_4 0,05 N, sampai warna merah muda menjadi hijau jernih yang tidak berubah selama 60 detik.
- Hitung normalitas larutan standar $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2$ sebagai berikut :

$$\text{Normalitas} = \frac{AB}{C}$$

A = normalitas larutan KMnO_4 B = ml larutan standar KMnO_4 C = ml larutan standar $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2$ 2.2.3.1.9.2 Standardisasi dengan larutan Kalium Dikromat ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) dengan indikator larutan difenilamin sulfonat.

- Masukkan 180 ml air, 12 ml Asam Sulfat, H_2SO_4 (1+1) dan 5 ml asam fosfat, H_3PO_4 ke dalam erlenmeyer 500 ml.
- Tambahkan 20 ml larutan fero amonium sulfat (2.2.3.1.9) melalui buret 25 ml. Catat volume dengan ketelitian 0,01 ml.
- Tambahkan 2 tetes larutan indikator difenilamin sulfonat.
- Titrasi dengan larutan Standar $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 0,05N sampai warna biru tidak berubah selama 30 detik. Catat volume titar dengan ketelitian 0,01 ml.
- Penetapan blanko.
Prosedur seperti pada 2.2.3.1.9.1.2 tanpa menggunakan indikator difenilamin sulfonat.

Hitung normalitas larutan standar $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2$ sebagai berikut :

$$\text{Normalitas} = \frac{\{0,05 (A - B)\}}{C}$$

di mana :

A = mililiter larutan $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 0,05N pada titrasi pertama.B = mililiter larutan $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 0,05N pada titrasi Blanko.C = mililiter larutan Standar $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2$ yang digunakan dalam titrasi pertama.2.2.3.1.9.3 Standardisasi dengan larutan Kalium Dikromat ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) menggunakan Potensiometri.

- Masukkan 20 ml larutan standar $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 0,05N ke dalam gelas kimia 600 ml melalui buret 25 ml. Sisa larutan simpan untuk titrasi kembali.
- Tambahkan 150 ml air, 10 ml H_2SO_4 (1+1) dan 5 ml H_3PO_4 .
- Masukkan elektroda pembanding kalomel jenuh dan elektroda indikator platina. Hubungkan dengan alat potensiometer.
- Sambil diaduk, tambahkan larutan fero amonium sulfat hingga warna kuning ion dikromat hilang, tambahkan sedikit berlebih.

- Catat penambahan larutan fero amonium sulfat dengan ketelitian 0,01 ml.
- Titrasi kembali dengan sisa larutan $K_2Cr_2O_7$ 0,05N dengan menambahkan larutan 0,1 ml mendekati titik akhir.
- Catat voltase saat keseimbangan tercapai setiap penambahan 0,1 ml.
- Periksa data perubahan voltase maksimum per-penambahan 0,1 ml.
- Catat perubahan voltase untuk penambahan 0,1 ml sebelum dan sesudah perubahan maksimum.
- Tentukan dua perbedaan antara tiga pembacaan voltase yang berhubungan dengan penambahan volume (0,1 ml): sebelum perubahan maksimum dan maksimum (x) serta maksimum dan sesudah maksimum (y).
- Jumlahkan kedua perbedaan votase tersebut (x + y).
- Tentukan perbandingan antara perbedaan pertama dari dua perbedaan terhadap jumlah perbedaan voltase dan kalikan 0,1 ml. ($x/x+y \times 0,1$).
- Tambahkan hasil perkalian di atas pada volume yang lebih kecil di antara 2 kali penambahan larutan pada perubahan voltase maksimum.

Lihat contoh berikut :

Volume $K_2Cr_2O_7$ 0,05N Titrasi Kembali (ml)	Voltase (mV)	Perbedaan Voltase (mV)	Perubahan Sebelum & Setelah Maksimum
20,80	555		
20,90	570	50	50 (x)
21,00	620	100	20 (y)
21,10	720	80	
21,20	800		
21,30	835		
21,40	854		

Keterangan :

- Perubahan voltase maksimum terjadi antara 21,00 dan 21,10 ml larutan $K_2Cr_2O_7$.
- Perubahan voltase adalah 50 mV sebelum maksimum 100 mV maksimum, dan 80 mV setelah maksimum.
- Dua perbedaan antara sebelum dan sesudah maksimum adalah 50 dan 20 mV, jumlah 70 mV.
- Perbandingan perbedaan pertama terhadap jumlah : $50/70$, $50/70 \times 0,1 = 0,07$ ml.
- Volume terkecil di antara dua penambahan larutan dan perubahan voltase maksimum adalah 21,00 ml.

— Titik akhir $21,00 + 0,07 \text{ ml} = 21,07 \text{ ml}$.

Hitung normalitas larutan standar $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2$:

$$\text{Normalitas} = \frac{0,05A}{B}$$

di mana :

A = ml larutan standar $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 0,05N

B = ml larutan standar $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2$

- 2.2.3.1.10 — H_2SO_4 (1+5); H_2SO_4 (1+1); H_2SO_4 (1+10)
 — HNO_3 pekat (65%); H_3PO_4 pekat (85%); HCl (1+3)
 — HF pekat (40%)
 — Natrium piro-sulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_7$)
 — Kaliumpiro-sulfat ($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$)

2.2.3.2 Peralatan

- Peralatan Gelas
- Neraca analitik
- Cawan platina
- Pemanas
- Kertas saring bebas abu kasar dan halus
- Alat titrasi potensiometri dengan pembanding kalomel jenuh dan elektroda indikator platina.

2.2.4 Prosedur

2.2.4.1 Timbang contoh sesuai dengan tabel berikut :

Cr (%)	Berat contoh (g)	Toleransi (mg)
0,05 — 0,50	3,5	2
0,40 — 1,0	2,0	1
0,8 — 1,6	1,25	0,5
1,5 — 3,5	0,50	0,3
3,3 — 3,99	0,35	0,2

2.2.4.2 Masukkan ke dalam gelas kimia 600 ml.

2.2.4.3 Tambahkan 80 ml H_2SO_4 (1+5) dan 5 ml H_3PO_4 .

2.2.4.4 Tutup dengan kaca arloji dan panaskan pada suhu $85 - 100^\circ\text{C}$ sampai contoh larut.

2.2.4.5 Tambahkan sedikit demi sedikit HNO_3 sampai besi teroksidasi.

2.2.4.6 Didihkan 2 menit sampai uap coklat dari oksida-oksida nitrogen habis.

2.2.4.7 Encerkan larutan sampai 150 ml, tambahkan bubuk kertas dan saring dengan kertas saring sedang ϕ 11 cm, ke dalam erlenmeyer 500 ml atau gelas kimia 600 ml jika prosedur titrasi potensiometer yang digunakan.

2.2.4.8 Cuci endapan 10 — 12 kali dengan air hangat dan pisahkan filtratnya.

- 2.2.4.9 Pindahkan kertas saring dan endapan ke dalam cawan platina, bakar pada suhu $850 - 900^{\circ}\text{C}$ selama 15 menit.
Dinginkan, tambahkan H_2SO_4 (1+1) dan 3,5 ml HF, uapkan sampai kering dan panaskan sampai uap putih habis.
- 2.2.4.10 Lebur endapan dengan penambahan sedikit $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_7$ atau $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$.
- 2.2.4.11 Dinginkan cawan, tambahkan 20 ml H_2SO_4 (1+10), masukkan ke dalam gelas kimia 250 ml, bilas cawan dengan air.
Pindahkan larutan ke dalam filtrat (2.2.4.8) encerkan sampai 200 ml.
- 2.2.4.12 Tambahkan 5 ml larutan AgNO_3 dan 20 ml larutan $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ dan dididihkan 8 – 10 menit. Agar volume tetap 200 ml, tambahkan air panas.
- 2.2.4.13 Bila warna ion permanganat tidak tampak atau tampak tetapi tidak stabil, tambahkan 2 tetes larutan KMnO_4 (25 g/l) tambahkan lagi 5 ml larutan AgNO_3 dan 20 ml larutan $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ dididihkan 8 – 10 menit.
- 2.2.4.14 Tambahkan air panas supaya larutan tetap 200 ml selama berlangsungnya reaksi berikut.
— Reduksi ion permanganat sebagai berikut :
Tambahkan 5 ml HCl (1+3) dan lanjutkan mendidih selama 10 menit sampai warna permanganat hilang.
Bila ion permanganat belum tereduksi seluruhnya atau bila ada endapan MnO_2 , tambahkan 2 ml HCl (1+3) dan dididihkan kembali selama 10 menit sampai seluruh mangan berubah menjadi ion mangan yang tidak berwarna.
- 2.2.4.15 Dinginkan pada suhu ruang dan encerkan sampai 200 ml. Prosedur selanjutnya pilih salah satu cara di bawah ini :
Gunakan 2.2.4.15.1. bila tidak terdapat vanadium dan gunakan 2.2.4.15.2. bila mengandung vanadium dan gunakan 2.2.4.15.3 bila nilai numerik yang diperoleh dari 2.2.2 melebihi 1.3.
- 2.2.4.15.1 — Titration dengan larutan standar kalium permanganat dengan indikator 1,10 fenontrolin.
— Tambahkan pada larutan di atas (2.2.4.15) 1 – 2 tetes larutan indikator 1,10 fenontrolin.
— Melalui buret tambahkan larutan standar $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2$ sampai terjadi perubahan warna hijau menjadi merah muda, tambahkan lagi 1 – 2 ml berlebih. Catat volume larutan $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2$ dengan ketelitian 0,01 ml.
— Titration kembali kelebihan ion fero dengan larutan standar KMnO_4 , sampai warna merah muda berubah menjadi hijau jernih yang tetap sampai 60 detik. Catat volume larutan standar KMnO_4 dengan ketelitian 0,01 ml.
- 2.2.4.15.2 — Titration dengan kalium dikromat dengan indikator difenilamin sulfonat.
— Ke dalam larutan di atas (2.2.4.15) tambahkan larutan $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2$ hingga warna kuning hilang. Tambahkan 1 – 2 ml berlebih. Catat volume larutan $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2$ dengan ketelitian 0,01 ml.
— Tambahkan 2 tetes larutan indikator difenilamin sulfonat.
— Titration kembali kelebihan ion fero dengan larutan standar $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ hingga warna biru muncul dan tetap selama 30 detik. Catat volume larutan standar $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ dengan ketelitian 0,01 ml.

2.2.4.15.3 — Titrasi dengan kalium dikromat, menggunakan alat Potensiometri.

- Aduk larutan pada (2.2.4.14.2) dengan pengaduk magnetik.
- Masukkan elektroda kolomel jenuh dan elektroda indikator platina.
- Hubungkan elektroda dengan alat Potensiometer.
- Tambahkan melalui buret, larutan $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)$ sambil diaduk hingga warna kuning hilang. Tambahkan 1 — 2 ml berlebih.
- Catat volume larutan dengan ketelitian 0,01 ml.
- Tambahkan larutan standar $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 0,05N, dengan menggunakan buret, dalam setiap penambahan 0,1 ml.
- Catat voltase setelah keseimbangan tercapai untuk setiap penambahan.
- Periksa data perubahan voltase maksimum (lihat 2.2.3.1.9.3).
- Tentukan titik akhir hingga ketelitian 0,01 ml seperti pada 2.2.3.1.9.3.

2.2.5 Perhitungan :

Bila menggunakan larutan standar KMnO_4

$$\% \text{ Cr} = \frac{\{ (AB - CD) \times 0,01733 \}}{E} \times 100\%$$

Di mana :

- A = ml larutan standar $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2$
- B = normalitas larutan standar $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2$
- C = ml larutan standar KMnO_4
- D = normalitas larutan standar KMnO_4
- E = berat contoh (g)

Bila menggunakan larutan Standar $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$

$$\% \text{ Cr} = \frac{\{ (AB - CD) \times 0,01733 \}}{E} \times 100\%$$

Di mana :

- A = ml larutan standar $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2$
- B = normalitas larutan standar $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2$
- C = ml larutan standar $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$
- D = normalitas larutan standar $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$
- E = berat contoh (gr)

3. LAPORAN

Penetapan Kadar Krom dalam baja :

No. Contoh	:
Bahan	:
Dibuat untuk	:
Contoh diterima tanggal	:
Tanggal Pengujian	:
Metode	:



BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id